

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

24 JAN 2005

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
12. Februar 2004 (12.02.2004)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
WO 2004/013621 A1

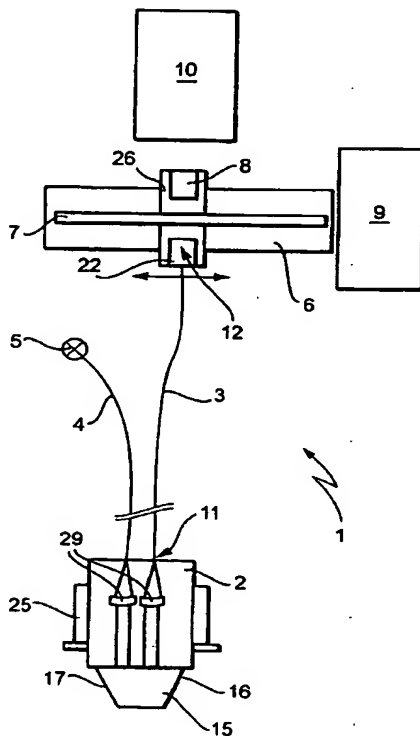
- (51) Internationale Patentklassifikation: G01N 21/85, 21/55  
(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP2003/007838  
(22) Internationales Anmeldedatum: 18. Juli 2003 (18.07.2003)  
(25) Einreichungssprache: Deutsch  
(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch  
(30) Angaben zur Priorität:  
102 33 710.1 24. Juli 2002 (24.07.2002) DE  
103 16 514.2 9. April 2003 (09.04.2003) DE  
(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): ENDRESS + HAUSER CONDUCTA GMBH+CO. KG [DE/DE]; Dieselstrasse 24, 70839 Gerlingen (DE).

- (72) Erfinder; und  
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): HEFFELS, Camiel [DE/DE]; Erfurterstrasse 4, 64579 Gernsheim (DE). LINDMÜLLER, Peter [DE/DE]; Spanierstrasse 56, 76879 Essingen (DE). SCHOLTEN, Dick [DE/DE]; Sennfelderstrasse 86, 70176 Stuttgart (DE). STEINMÜLLER, Dirk [DE/DE]; Stettinerstrasse 21, 76139 Karlsruhe (DE).  
(74) Anwalt: ANDRES, Angelika; c/o Endress + Hauser Deutschland Holding GmbH, PatServe, Colmarer Strasse 6, 79576 Weil am Rhein (DE).  
(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR,

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: DEVICE FOR THE IR-SPECTROMETRIC ANALYSIS OF A SOLID, LIQUID OR GASEOUS MEDIUM

(54) Bezeichnung: VORRICHTUNG ZUR IR-SPEKTROMETRISCHEN ANALYSE EINES FESTEN, FLÜSSIGEN ODER GAS-FÖRMIGEN MEDIUMS SEMINATION



(57) Abstract: The invention relates to a device for the IR-spectrometric analysis of a solid, liquid or gaseous medium, comprising a process probe (2), with a reflection element (15), a linearly-variable filter (6), at least one detector element (8) and a regulator/analytical unit (10). At least one light source (5) is provided, the light from which is injected into the reflection element (15) by means of a collimating lens (29). At least one light wave guide (3) with a light input section (11) and a light outlet section (12) is provided, whereby the light is introduced into a defined region of the linearly-variable filter (7) via the light outlet section (12) of the light wave guide (3). The detector element (8) and the linearly-variable filter (7) are arranged to be displaceable relative to each other over approximately the entire length of the linearly-variable filter (7) and the regulator/analytical unit (10) determines the spectrum of the medium from the measured values provided by the detector element (8).

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur IR-spektrometrischen Analyse eines festen, flüssigen oder gasförmigen Mediums mit einer Prozeßsonde (2), welche ein Reflexionselement (15) aufweist, mit einem Linear-Variablen Filter (6), zumindest einem Detektorelement (8) und einer Regel-/Auswerteeinheit (10), wobei zumindest eine Lichtquelle (5) vorgesehen ist, deren Licht über eine Kollimieroptik (29) in das Reflexionselement (15) eingekoppelt wird, wobei zumindest ein Lichtwellenleiter (3) mit einem Lichteingangsabschnitt (11) und einem Lichtausgangsabschnitt (12) vorgesehen ist, wobei das Licht über den Lichtausgangsabschnitt (12) des Lichtwellenleiters (3) in einen definierten Bereich des Linear-Variablen Filters (7) geleitet wird, wobei das Detektorelement (8) und das Linear-Variable Filter (7) über näherungsweise die Länge des Linear-Variablen Filters (7) relativ zueinander bewegbar angeordnet sind und wobei die Regel-/Auswerteeinheit (10) anhand der von dem Detektorelement (8) gelieferten Meßwerte das Spektrum des Mediums bestimmt.

WO 2004/013621 A1



KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**Veröffentlicht:**

— mit internationalem Recherchenbericht

— vor Ablauf der für Änderungen der Ansprüche geltenden Frist; Veröffentlichung wird wiederholt, falls Änderungen eintreffen

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

VORRICHTUNG ZUR IR-SPEKTROMETRISCHEN ANALYSE EINES FESTEN, FLÜSSIGEN ODER GASFÖRMIGEN MEDIUMS  
SEMINATION

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur IR-spektrometrischen Analyse eines  
5 festen, flüssigen oder gasförmigen Mediums mittels einer optischen Sonde.  
Die Sonde kann eine ATR-, eine Transmissions- oder eine Reflexions-  
anordnung aufweisen.

10 In der ATR (Attenuated Total Reflectance)-Spektroskopie wird der Effekt  
ausgenutzt, daß ein Lichtstrahl an der Grenzfläche zwischen einem optisch  
dichteren Medium mit dem Brechungsindex  $n_1$  und einem optisch dünneren  
Medium mit dem Brechungsindex  $n_2$  - also wenn gilt:  $n_1 > n_2$  - total reflektiert  
wird, wenn der Einfallswinkel des Lichtstrahls den Grenzwinkel für die  
Totalreflexion überschreitet. Der Sinus dieses Grenzwinkels entspricht dem  
15 Quotienten  $n_2 / n_1$ . Bei der Totalreflexion tritt das Phänomen auf, daß der  
Lichtstrahl an der Auftreffstelle A in das dünnere Medium austritt, dann bis zu  
einer Stelle B als Oberflächenwelle an dem dichteren Medium vorbeiläuft und  
anschließend wieder in das optisch dichtere Medium zurückkehrt. Erfolgt  
keine Absorption in dem optisch dünneren Medium, so wird der Lichtstrahl  
20 ungeschwächt total reflektiert. Absorbiert das optisch dünnere Medium jedoch  
die eindringende Strahlung, so tritt eine Schwächung des total-reflektierten  
Lichtstrahls auf. Diese Schwächung ist abhängig von der Wellenlänge und  
kann zur sog. Internen Reflexionsspektroskopie herangezogen werden:  
Bestimmt man das Transmissions- oder Extinktionsspektrum der total-  
25 reflektierten Strahlung, so erhält man Aufschluß über die Zusammensetzung  
des optisch dünneren Mediums. Bei dem optisch dünneren Medium kann es  
sich beispielsweise um eine IR-absorbierende, pulverförmige Substanz oder  
um ein flüssiges Medium handeln, mit dem die ATR-Sonde in direktem  
Kontakt steht.

ATR-Sonden werden heute bevorzugt in der IR-Spektroskopie oder im UV-VIS-Bereich eingesetzt. Wesentliches Element einer ATR-Sonde ist ein Reflexionselement, das aus einem im IR-Bereich transparenten Material mit einem hohen Brechungsindex besteht. Die bekannten Sonden sind derart  
5 ausgestaltet, daß innerhalb des Reflexionselements Vielfach-Reflexionen auftreten.

In der US-PS 5,459,316 ist eine ATR-Sonde für den IR-Bereich beschrieben, die in pulverförmigen oder flüssigen Medien eingesetzt werden kann. Licht  
10 wird von einer Lichtquelle über ein Meßrohr zu dem ATR-Kristall hin bzw. von dem ATR-Kristall weggeführt. Die dem Medium zugewandte Seitenfläche des ATR-Kristalls und die vom Medium abgewandte Seitenfläche des ATR-Kristalls sind – im Querschnitt gesehen - keilförmig ausgestaltet. Bevorzugt  
15 sind die in dieser Patentschrift offenbarten Ausgestaltungen des ATR-Kristalls rotationssymmetrisch bezüglich ihrer Längsachse. Die doppelkonische Form eines derartigen ATR-Kristalls bzw. eines derartigen ATR-Reflexionselements zur Vermeidung von störenden Interferenzen im Fourier Transform (FT-IR) Spektrometer ist aufwendig und kann durch die Verwendung des in dieser  
Schrift vorgeschlagenen Spektrometers vermieden werden. Außerdem ist das  
20 in der US-PS 5,459,316 vorgestellte Reflexionselement in Kombination mit einem FT-IR Spektrometer zu groß, um aus dem idealen Material Diamant kostengünstig hergestellt zu werden.

Aus der Transmissionsspektroskopie sind weiterhin Sonden bekannt  
25 geworden, bei denen die Meßstrecke durch den Abstand zweier optischer Fenster definiert wird. Dieses führt zu einem Sondenkörper mit relativ vielen Bauteilen (Fenster, Spiegel, Halterungen). Analog zu dem Reflexionselement einer ATR-Sonde ist eine Transmissionsanordnung bekannt geworden, bei der das Reflexionselement einen Schlitz aufweist. Durch die Breite des  
30 Schlitzes ist der Meßspalt definiert. Wie bereits erwähnt, können alle bekannten Arten von Reflexionselementen in Verbindung mit der vorliegenden Erfindung eingesetzt werden.

- Auf der Seite des Strahlungsempfängers sind in der Gasmesstechnik darüber hinaus Systeme bekannt geworden, bei denen das reflektierte und wellenlängenabhängig geschwächte Licht über ein speziell auf den jeweiligen Anwendungsfall abgestimmtes Linear-Variables Filter auf einen Pixelzeilen-  
5 detektor gelangt. Eine entsprechende Anordnung ist in der US-PS 5920069 beschrieben. Anschließend werden die in jedem Detektorelement des Pixelzeilendetektors gemessenen Intensitätswerte zwecks Erstellung des Spektrums der Meßprobe ausgewertet.
- 10 Als Nachteil dieser Ausgestaltung, bei der die Meßwerterfassung parallel abläuft, ist einmal die hohe Anzahl der Pixeldetektoren zu nennen. Weiterhin wird in jedem der Pixeldetektoren nur ein Bruchteil der Gesamtintensität gemessen, wobei dieser Bruchteil um so kleiner ist, je größer die Anzahl der Pixeldetektoren ist. Infolge eines ungünstigen Signal-/Rauschverhältnisses  
15 erhält man hierdurch eine relativ schlechte Signalauflösung. Nachteilig bei der bekannten Ausgestaltung ist darüber hinaus, daß speziell ausgestaltete, auf den jeweiligen Anwendungsfall abgestimmte Pixelzeilendetektoren hohe Herstellungskosten verursachen und trotzdem eine oder mehrere defekte Pixeldetektoren oder sogar nicht-lineare Kennlinien aufweisen.
- 20 Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine kostengünstige Vorrichtung zur spektrometrischen Analyse eines Meßmediums vorzuschlagen.
- Die Aufgabe wird gemäß einer ersten Variante durch eine Vorrichtung gelöst,  
25 die eine Prozeßsonde mit einem Reflexionselement, ein Linear-Variables Filter, zumindest ein Detektorelement und eine Regel-/Auswerteeinheit aufweist. Zu der erfindungsgemäßen Vorrichtung gehören desweiteren zumindest eine Lichtquelle, deren Licht z. B. über eine Kollimieroptik oder einen Ellipsoidspiel entweder mit oder ohne Lichtwellenleiter in das  
30 Reflexionselement eingekoppelt wird und zumindest ein Lichtwellenleiter mit einem Eingangsabschnitt und einem Ausgangsabschnitt. Das Licht wird über den Ausgangsabschnitt des Wellenleiters in definierte Bereiche des Linear-

5 Variablen Filters geleitet; das Detektorelement und das Linear-Variable Filter sind über näherungsweise die Länge des Linear-Variablen Filters relativ zueinander bewegbar angeordnet. Die Regel-/Auswerteeinheit bestimmt anhand der von dem Detektorelement gelieferten Meßwerte das Spektrum des Mediums.

10 Insbesondere kann die Strahlung verlustfrei mittels einer Fokussiereinheit über den Eingangsabschnitt des Wellenleiters aus dem Reflexionselement ausgekoppelt werden. Der Wellenleiter, bei dem es sich üblicherweise um einen Lichtwellenleiterbündel handelt, führt das im Reflexionselement abgeschwächte Licht über das Linear-Variable Filter zum wellenlängen- selektiven Nachweis. Das Detektorelement und der Ausgangsabschnitt des Wellenleiters stehen sich gegenseitig gegenüber und sind beide über  
15 näherungsweise die Länge des Linear-Variablen Filters relativ zu diesem bewegbar angeordnet, wobei sich das Linear-Variable Filter zwischen dem Detektorelement und dem Ausgangsabschnitt des Wellenleiters befindet.

20 Gemäß einer alternativen Variante erfolgt die Relativbewegung und damit das Abscannen des Spektrums des Meßmediums dadurch, daß die Strahlungs- quelle und das Linear-Variable Filter relativ zueinander bewegt werden. Bei dieser Lösung wird also bereits monochromatische Strahlung in das Reflexionselement eingekoppelt.

25 Durch die beiden zuvor genannten erfindungsgemäßen Kombinationen läßt sich ein sehr kompaktes und kostengünstiges Spektrometermodul herstellen. Bei dem Lichtwellenleiter handelt es sich um einen Hohlleiter oder um eine im IR-Bereich transparente Lichtleitfaser. Beispielsweise ist die Faser aus Silberhalogenide gefertigt. Eine Faser aus diesem polykristallinen Material zeichnet sich dadurch aus, daß sie sehr biegsam, vibrationsstabil, im  
30 Querschnitt frei formbar und geeignet für hohe Temperaturen ist. Es versteht sich von selbst, daß der Lichtwellenleiter je nach Anwendungsfall auch als Faserbündel ausgebildet sein kann. Die einzelnen Fasern im Bündel haben

entweder eine runde oder eine eckigen, z. B. eine rechteckige Querschnittsfläche. Die Anordnung der einzelnen Fasern im Bündel bestimmt die optimale Anpassung an das Spektrometer.

5      Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der erfindungsgemäßen Vorrichtung steuert die Regel-/Auswerteeinheit die Relativbewegung zwischen dem Detektorelement und dem Linear-Variablen Filter schrittweise. Selbstverständlich können das Detektorelement, der Ausgangsabschnitt des Lichtwellenleiters und das Linear-Variable Filter auch kontinuierlich aneinander vorbeibewegt  
10      werden.

Eine Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung sieht vor, daß das Detektorelement fest montiert ist und daß die Regel-/Auswerteeinheit das Linear-Variable Filter schrittweise oder kontinuierlich an dem Detektorelement  
15      vorbeibewegt. Alternativ wird vorgeschlagen, daß das Linear-Variable Filter fest montiert ist und daß die Regel-/Auswerteeinheit schrittweise oder kontinuierlich das Detektorelement an dem Linear-Variablen Filter vorbeibewegt.

20      In beiden Varianten ist gemäß einer bevorzugten Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung eine gabelförmige Haltevorrichtung vorgesehen, in der das Detektorelement und der Ausgangsabschnitt des Lichtwellenleiters montiert sind. Zwecks der vorgeschlagenen Relativbewegung ist entweder die Haltevorrichtung bzw. das Detektorelement oder  
25      das Linear-Variable Filter auf einer Führungsschiene angeordnet. Insbesondere wird es im Zusammenhang mit der erfindungsgemäßen Vorrichtung als vorteilhaft angesehen, das Linear-Variable Filter oder das Detektorelement bzw. die Haltevorrichtung für das Detektorelement schrittweise oder kontinuierlich über einen Schrittmotor zu bewegen.

30      Eine vorteilhafte Weiterbildung der erfindungsgemäßen Vorrichtung schlägt vor, daß es sich bei dem Lichtwellenleiter, der das Meßlicht von dem

Reflexionselement zu dem Linear-Variablen Filter leitet, um einen Querschnittswandler handelt. So kann beispielsweise durch eine lineare Reihe von einzelnen Lichtwellenleitern im Ausgangsabschnitt des Lichtwellenleiters eine Erhöhung des Lichtdurchsatzes durch das Linear-Variable Filter erreicht werden.

Darüber hinaus sieht eine Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung einen zweiten Eingangsabschnitt des Wellenleiters vor, über den die Strahlung bzw. das Licht von der Strahlungs- / Lichtquelle durch ein teilverspiegeltes Reflexionselement als interner Referenzstrahl eingekoppelt wird. Insbesondere ist eine alternierende Strahlungsquelle mit ein oder zwei Strahlern vorgesehen, über die mit Hilfe des Detektors die sequenzielle Messung des Meß- und Referenzlichtes ermöglicht wird. Zu diesem Zweck ist der Wellenleiter gemäß einer Ausgestaltung als Faserweiche mit zwei Eingangsabschnitten und einem Ausgangsabschnitt ausgebildet. Selbstverständlich kann das Licht auch über ein anderweitiges optisches System auf das Linear-Variable Filter und nachfolgend das Detektorelement geführt werden.

Bevorzugt handelt es sich bei dem Detektorelement um einen Elementdetektor, eventuell auch um einen Pixelzeilendetektor. Günstig ist der Einsatz von pyroelektrischen Detektoren, da diese keine zusätzliche Kühlung erforderlich machen und im Vergleich zu Halbleiterdetektoren kostengünstig sind.

Gemäß einer günstigen Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung besteht das Reflexionselement aus einem hochreinen Halbleitermaterial. Bevorzugt sind hier Silizium oder Germanium zu nennen, die beide im IR-Bereich transparent sind. Erfindungsgemäß läßt sich das Reflexionselement sehr kostengünstig aus einem Wafer aus hochreinem Halbleitermaterial fertigen. Hierzu werden aus einem Wafer zylinderförmige Scheiben herausgebohrt. Eine zylinderförmige Scheibe hat beispielsweise eine Dicke



von 2 bis 5 mm. An die zylinderförmigen Scheiben werden beidseitig Facetten geschliffen, so daß das Reflexionselement die Form eines Daches aufweist. Das Reflexionselement im Sondenrohr wird anschließend in z. B. eine Wechselarmatur bzw. in einen Prozeßanschluß für die Prozeßsonde  
5 eingepaßt, so daß das Meßmedium beim Ausbau der Sonde nicht aus dem Prozeß entweichen kann. Bekannte und im Zusammenhang mit der vorliegenden Erfindung verwendbare Wechselarmaturen werden übrigens von der Anmelderin unter der Bezeichnung 'CLEANFIT' angeboten und vertrieben (siehe auch DE 19948990 A1).

10 Es versteht sich von selbst, daß der Wafer bzw. das Reflexionselement im Prinzip aus jedem beliebigen im IR-Bereich durchlässigen Material gefertigt sein kann.

Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der erfindungsgemäßen ATR-Sonde  
15 bzw. des erfindungsgemäßen Reflexionselements ist zumindest der Bereich des Reflexionselements, der mit dem Meßmedium in Kontakt kommt, mit einer dünnen Diamantschicht versehen. Bevorzugt handelt es sich bei der Diamantschicht um eine monokristalline Beschichtung. Diese Diamantschicht macht das Reflexionselement selbst gegen aggressive und korrosive Medien inert.

20 Bei geeigneter Wahl des internen Reflexionswinkels vom Grundkörper (der z.B. aus einem Halbleitermaterial besteht) läßt sich durch das Aufbringen der Diamantschicht ein interner Reflexionswinkel einstellen, wobei der ATR-Effekt ausgenützt werden kann. Eine spezielle Geometrie des Reflexionselements erlaubt eine in hohem Maße kompakte Ausgestaltung, in dem durch eine  
25 Zwischenreflexion an der Ein-/Auskoppelfläche zwei produktberührende Reflexionen in dem beschichteten Reflexionselement auftreten.

Um systematische Meßfehler auszuschließen, wird neben der spektrometrischen Untersuchung des Meßstrahls parallel eine Untersuchung eines  
30 Referenzstrahls durchgeführt. Der Referenzstrahl nimmt einen analogen Weg durch die ATR-Sonde wie der Meßstrahl, allerdings wird hierbei durch entsprechende Beschichtungen der Auftreffstellen im Reflexionselement

sichergestellt, daß kein Referenzlicht in das optisch dünnere Medium, sprich in das eigentliche Meßmedium, austreten kann. Erreicht wird die Totalreflexion ohne den Abschwächungseffekt beispielsweise durch das partielle Aufbringen einer metallischen Schicht. Bevorzugt werden daher die  
5 Auftreffstellen des Referenzlichts auf der dem Meßmedium zugewandten Seitenfläche des Reflexionselements mit einer Metallschicht bedampft.

Um Intensitätsverluste des Meßlichts bzw. des Referenzlichts möglichst bei der Ein-/ und Auskopplung des Lichtes im Reflexionselement weitgehend zu  
10 vermeiden, trägt die dem Meßmedium abgewandte Fläche des Reflexionselements bevorzugt eine Anti-Reflexschicht.

Gemäß einer vorteilhaften Weiterbildung der erfindungsgemäßen Vorrichtung ist das Reflexionselement derart dimensioniert und ausgestaltet, daß das  
15 Meßlicht bzw. das Referenzlicht bis zu sieben Reflexionen in dem Reflexionselement erfährt. Die tatsächliche Anzahl Reflexionen läßt sich bei dieser Ausführungsform durch die Länge des Reflexionselements festlegen. Hierdurch werden insbesondere schwache Absorptionsbanden vom  
20 Meßmedium besser erfaßt, als dies bei einer niedrigeren Anzahl von Reflexionen möglich ist. Die Wellenlänge des Meßlichts bzw. des Referenzlichts liegt übrigens vorzugsweise im Wellenlängenbereich von 5 – 14  $\mu\text{m}$ .

Gemäß einer bevorzugten Ausgestaltung handelt es sich bei dem  
25 Reflexionselement um ein Mikroprisma. Bevorzugt ist das Mikroprisma aus Diamant gefertigt; jedoch sind auch andere Materialien verwendbar. Der Aufbau einer Infrarot-Mikromeßsonde wird übrigens in der DE 100 34 220 A1 ausführlich beschrieben. Die in dieser Offenlegungsschrift beschriebenen Sonden sind in Verbindung mit der vorliegenden Erfindung einsetzbar,  
30 allerdings wird im Gegensatz zu DE 100 34 220 A1 die Verwendung von kegelförmige Miniprismen bevorzugt und besonderen Wert auf die Anordnung der Lichtwellenleiter im Bündel gelegt.

Die erfindungsgemäßen Ausführungsformen des Reflexionselements haben den entscheidenden Vorteil, daß der einfallende Strahl und der ausfallende Strahl von Meßlicht, aber auch vom Referenzlicht, zueinander parallele Strahlengänge aufweisen. Bei entsprechender gleichartiger Dimensionierung der unterschiedlichen Reflexionselemente (ATR und Transmission) auf der Ein- / und Auskoppelseite kann die Sonde schon durch Austausch des Reflexionselements an die jeweilige Meßaufgabe angepaßt werden.

Selbstverständlich ist es möglich in der ersten Ausgestaltungsform des Gerätes, die zumindest eine Strahlungs- bzw. Lichtquelle in unmittelbarer Nähe des Reflexionselements zu platzieren und somit keine Lichtwellenleiter auf der Einkoppelseite zu verwenden. Bevorzugt handelt es sich bei der Strahlungsquelle übrigens um eine elektronisch gepulste Lichtquelle ohne bewegliche Bauteile. Verwendet werden kann natürlich auch ein mechanischer Chopper.

Die Erfindung wird anhand der nachfolgenden Zeichnungen näher erläutert. Es zeigt:

20

Fig. 1: eine schematische Darstellung einer ersten Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung;

25

Fig. 2a: eine schematische Darstellung eines Querschnittswandlers mit Faserweiche;

Fig. 2b: eine Draufsicht auf den in Fig. 2a dargestellten Ein- und Ausgangsabschnitten des Querschnittswandlers;

30

Fig. 3a: eine Draufsicht auf eine erste Ausführungsform des erfindungsgemäßen ATR-Reflexionselements;

Fig. 3b: einen Querschnitt durch die in Fig. 3a gezeigte Ausführungsform gemäß der Kennzeichnung A-A;

5 Fig. 3c: eine perspektivische Ansicht der in Fig. 3a gezeigten Ausführungsform;

Fig. 3d: eine schematische Darstellung einer Ausführungsform der Prozeßabdichtung des erfindungsgemäßen ATR-Reflexionselements;

10

Fig. 4a: eine Draufsicht auf eine zweite Ausführungsform des erfindungs-gemäßen ATR-Reflexionselements;

15 Fig. 4b: eine Seitenansicht der in Fig. 4a gezeigte Ausführungsform gemäß der Kennzeichnung A-A;

Fig. 4c: einen Querschnitt gemäß der Kennzeichnung A-A in Fig. 4b;

20 Fig. 4d: perspektivische Ansichten der in Fig. 4a gezeigten Ausführungsform;

Fig. 5a: eine Draufsicht auf eine dritte Ausführungsform des erfindungs-gemäßen ATR-Reflexionselements;

25

Fig. 5b: eine Seitenansicht der in Fig. 5a gezeigte Ausführungsform gemäß der Kennzeichnung A-A,

30 Fig. 5c: einen Querschnitt gemäß der Kennzeichnung A-A in Fig. 5b;

Fig. 5d: eine perspektivische Ansicht der in Fig. 5a gezeigten

Ausführungsform; und

Fig. 6: eine schematische Darstellung einer zweiten Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung;

5

Fig. 7: eine schematische Darstellung einer dritten Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung;

Fig. 8: eine schematische Darstellung von einem Querschnittswandler, der bevorzugt mit denen in den Figuren Fig. 6 und Fig. 7 gezeigten Ausgestaltungen zum Einsatz kommt;

10

Fig. 9: eine schematische Darstellung des Steckverbinders zur Montage der Lichtwellenleiter an das LVF-Spektrometer und

15

Fig. 10: eine schematische Darstellung der Meßpitze einer ATR-Sonde mit einem Mikroprisma.

20

Fig. 1 zeigt eine schematische Darstellung einer ersten Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung 1. Die ATR-Sonde 2 besteht aus der Prozeßarmatur 25 und dem Reflexionselement 15. Bei der Prozeßarmatur 25 handelt es sich beispielsweise um eine Wechselarmatur, wie sie von der Anmelderin unter der Bezeichnung 'CLEANFIT' vertrieben wird. Ein interessanter Aspekt der Erfindung richtet sich - wie nachfolgend noch näher beschrieben wird - auf verschiedenen Geometrien des Reflexionselements 15. Unabhängig von der gewählten Geometrie wird das Reflexionselement 15 durch die Prozeßarmatur 25 mechanisch geschützt, kommt aber dennoch mit dem Meßmedium in unmittelbaren Kontakt.

25

30

Das Meßlicht und das Referenzlicht, welche bevorzugt von zwei Lichtquellen 5 stammen, werden über den Lichtwellenleiter 4 auf die ATR-Sonde 2 eingekoppelt. Bei dem Lichtwellenleiter 4 ebenso wie bei dem Lichtwellenleiter 3

handelt es sich bevorzugt um Lichtfaserbündel. Entsprechende Ausgestaltungen sind in den Figuren Fig. 2a (Seitenansicht) und Fig. 2b (Draufsicht) dargestellt. Jede anderweitige Einkopplung ist selbstverständlich gleichfalls möglich. Auch kann die Lichtquelle 5 unmittelbar vor dem Reflexionselement 15 positioniert werden, wodurch der Lichtwellenleiter 4 entfallen kann.

Im Bereich des Lichtausgangsabschnitts 12 des Lichtwellenleiters 3 befindet sich ein Querschnittswandler 22. Über den Querschnittswandler 22 werden die einzelnen Lichtfasern für das Meßlicht und das Referenzlicht auf eine Vielzahl übereinander angeordneter Fasern geführt. Die Intensität des über das Linear-Variable Filter 7 geführten Meß- bzw. Referenzlichts wird anschließend von dem Detektorelement 8 erfaßt.

Der Querschnittswandler 22 und das Detektorelement 8 sind auf einer Haltevorrichtung 26 befestigt, die an einer Führungsschiene 6 bewegbar angeordnet ist. Sukzessive wird die Haltevorrichtung 26 über den Antrieb 9 an dem Linear Variablen Filter 7 vorbeigeführt. Linear-Variable Filter sind bekannt; verwiesen wird hier auf die US-PS 5,920,069.

Bei dem Antrieb 9 handelt es sich z.B. um einen Schrittmotor, der über eine in der Fig. 1 nicht gesondert dargestellte Spindel die Haltevorrichtung 26 bewegt. Das Detektorelement 8 mißt in jeder angefahrenen Position die Intensitätswerte von Meßlicht und Referenzlicht. Anhand dieser Werte erstellt die Regel-/Auswerteeinheit 10 das Spektrum des Meßmediums, das mit dem Reflexionselement 15 in Kontakt ist. Die spektrale Verteilung liefert Information darüber, welche Substanz/Substanzen in dem Meßmedium in welcher Konzentration vorhanden ist/sind. Die Auswertung erfolgt über die bekannten Algorithmen.

In den nachfolgenden Figuren Fig. 3, Fig. 4, Fig. 5 sind unterschiedliche Varianten des erfindungsgemäßen Reflexionselements 15 der ATR-Sonde 2 dargestellt. Es versteht sich von selbst, daß dieses Reflexionselement 15 nicht

nur in Verbindung mit der in Fig. 1 beschriebenen erfindungsgemäßen Vorrichtung 1 einsetzbar ist. Vielmehr kann das Reflexionselement 15 in der Prozeßsonde 2 an jeden beliebigen Spektrometer/Spektrograph, das/der über eine Lichtwellenleiter-ankopplung verfügt, angeschlossen werden.

5

Wie bereits gesagt, besteht das erfindungsgemäße Reflexionselement 15 aus einem im IR-Bereich in hohem Maße transparenten Material. Bevorzugt handelt es sich bei dem Material um ein Halbleitermaterial, z.B. um hochreines Silizium oder Germanium. Um die Resistenz des Halbleitermaterials gegen aggressive oder korrosive Meßmedien zu erhöhen, sind zumindest die mit dem Meßmedium in Kontakt kommenden Bereiche des Reflexions-  
elements 15 mit einer Diamantschicht 21 versehen. Eine entsprechende Ausführungsform ist in Fig. 3d dargestellt. Fig. 3d zeigt das Reflexionselement 15 übrigens im Querschnitt.

15

Die erfindungsgemäßen Reflexionselemente 15 bzw. die ATR-Prismen werden bevorzugt als zylinderförmige Scheiben aus einem Halbleiter-Wafer herausgebohrt. Anschließend werden beidseitig an die zylinderförmige Scheibe Facetten 16, 17 geschliffen, so daß das Reflexionselement 15 auf der dem Meßmedium zugewandten Seite die Form eines Satteldaches aufweist. Die entsprechende Ausgestaltung des Reflexionselements 15 ist z. B. in den Figuren Fig. 3a, Fig. 3b und Fig. 3c dargestellt.

20

In diesen Figuren ist darüber hinaus der Strahlengang 18 des Meßlichts dargestellt. Das von der Lichtquelle 5 kommende kollimierte Lichtbündel wird in den Bereich der Facette 16 des Reflexionselements 15 reflektiert. An der Grenzfläche zum optisch dünneren Meßmedium hin erfährt das Meßlicht bei Kontakt mit dem Meßmedium eine erste geschwächte Totalreflexion; eine zweite geschwächte Totalreflexion erfolgt an der Facette 17. Die Totalreflexion an der vom Meßmedium abgewandten Ein-/Auskoppelfläche des Reflexions-  
elements 15 erfolgt näherungsweise ungeschwächt. Dies ist eine Folge des Einfalls- bzw. Ausfallswinkels, der im gezeigten Fall näherungsweise 60°

25

30

beträgt. Darüber hinaus kann die Ein-/Auskoppelfläche mit einer Anti-Reflexschicht 24 versehen sein.

Die Facetten 16, 17 sind derart geschliffen, daß der Einfalls- und der Ausfallswinkel für die Totalreflexion bei senkrechtem Einfall des Meßlichts auf die Ein-/ Auskoppelfläche ca. 30° beträgt. Weiterhin ist im gezeigten Fall der Durchmesser des Reflexionselement 15 so dimensioniert, daß das Meßlicht innerhalb des Reflexionselements 15 lediglich drei Reflexionen erfährt. Durch den hiermit verbundenen kurzen Laufweg des Meßlichts innerhalb des Reflexionselements 15 werden die Absorptionsverluste im Material des Prismas sehr gering gehalten.

Es versteht sich von selbst, daß jede anderweitige Form des Facettenschliffs möglich ist, solange der Grenzwinkel für die Totalreflexion nicht unterschritten wird. Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Reflexionselements 15 schlagen vor, daß weitere geschwächte und ungeschwächte Totalreflexionen des Meßlichts bzw. des Referenzlichts an den Grenzflächen des Reflexionselements 15 auftreten können. Bei der konkreten Ausgestaltung des Reflexionselements 15 wird natürlich einerseits eine Optimierung in Richtung Lichtausbeute und andererseits eine Optimierung in Richtung Meßgenauigkeit (Anzahl der Reflexionen) anvisiert.

Der große Vorteil der verschiedenen Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Reflexionselements ist – wie auch die Figuren Fig. 3, Fig. 4 und Fig. 5 verdeutlichen - darin zu sehen, daß das einfallende und das ausfallende Meßlicht (bzw. das Referenzlicht) parallel zueinander verlaufen. Hierdurch wird der mechanische Aufbau der Kollimieroptik 29 vereinfacht.

Die in den Figuren Fig. 4 und Fig. 5 dargestellte Ausführungsform des Reflexionselements 15 unterscheidet sich von der in Fig. 3 dargestellten Ausgestaltung dadurch, daß das in Fig. 4 dargestellte ATR-Reflexionselement 15 eine höhere Anzahl Reflexionen bei einem internen Reflexionswinkel von



45° aufweist. Die Anzahl der Reflexionen kann über die Verlängerungsdistanz 30 des Prismas gesteigert werden.

Fig. 5 zeigt ein Reflexionselement 15 mit einem seitlichen Meßspalt 31. Diese Ausführungsform entspricht somit einer Transmissionsanordnung. Die zwei Bohrungen 27 in der Ein-/ Auskoppelfläche (Figuren 4 und 5) sind Teil einer nicht gesondert dargestellten Verdrehsicherung, die das Reflexionselement 15 nach Befestigung in der Prozeßsonde 2 in der korrekten Lage zur Kollimieroptik 29 fixiert. Zwecks Verdrehsicherung werden z. B. entsprechend geformte Stifte in die Borungen 27 eingebracht. Es versteht sich von selbst, daß auch jede andere Art einer Verdrehsicherung eingesetzt werden kann, solange sie den Strahlengang 18, 28 von Meßlicht und Referenzlicht nicht stört.

In Fig. 3a, 3c, 4a und 5a ist stilisiert neben dem Strahlengang 18 des Meßlichts auch der Strahlengang 28 des Referenzlichts eingezeichnet. Während das Meßlicht in den Bereichen der Facetten 16, 17 jeweils eine geschwächte Totalreflexion erfährt, sind die entsprechenden Bereiche für das Referenzlicht so ausgestaltet, daß das Referenzlicht bei der Reflexion an den Facetten 16, 17 keine Schwächung erfährt. Hierzu sind die entsprechenden Bereiche beispielsweise mit einer metallische Beschichtung versehen, die für IR-Strahlung undurchlässig ist.

Fig. 6 zeigt eine schematische Darstellung einer zweiten Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung. Die Strahlung bzw. das Licht der Strahlungsquelle / Lichtquelle 5 wird über einen Ellipsoidspiegel 33 auf den Lichteingangsabschnitt des Wellenleiters 3 fokussiert. Zur Modulation des Meßlichts und des Reflexionslichts wird ein Chopper 34 eingesetzt, der von einem Choppermotor 35 gedreht wird. Über den Lichtwellenleiter 3 wird das Licht zu dem Reflexionselement 15 geleitet. Bei dem Reflexionselement 15 handelt es sich im gezeigten Fall um ein Mikroprisma 48, das aus Diamant gefertigt ist. Bevorzugt hat das Mikroprisma 48 die in der Fig. 6 gezeigte

Kegelform. Anschließend wird die Strahlung, die die Information über die Zusammensetzung des Meßmediums beinhaltet, über den Wellenleiter 4 in Richtung auf das Linear-Variable Filter 7 und das Detektorelement 8 geleitet. Im dargestellten Fall ist das Detektorelement 8 fest montiert, während das

5 Linear-Variable Filter über den Antrieb 9 und die Spindel 36 schrittweise oder quasi-kontinuierlich an dem Detektorelement 8 vorbeibewegt wird. Auf diese Art und Weise wird sukzessive das Spektrum der Strahlung abgescannt. Die Auswertung des Spektrums erfolgt über die Regel-/Auswerteeinheit 10, die in der Fig. 6 nicht gesondert dargestellt ist.

10 In Fig. 7 ist eine bevorzugte dritte Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Vorrichtung skizziert. Diese Ausgestaltung zeichnet sich ebenso wie die in Fig. 6 dargestellte Ausgestaltung durch einen besonders einfachen und daher kostengünstigen Aufbau aus. Das von der Lichtquelle 5 ausgesendete und

15 über den Chopper 34 gepulste Licht wird über den Ellipsoidspiegel 33 auf den Eingangsabschnitt des Wellenleiters 3 fokussiert. Zwischen der Strahlungsquelle 5 und dem Eingangsabschnitt des Wellenleiters 3 ist das Linear-Variable Filter 7 positioniert. Das Linear-Variable Filter wird über den Antrieb 9 und die Spindel 36 schrittweise zwischen der Strahlungsquelle 5 und dem

20 Eingangsabschnitt des Wellenleiters 3 bzw. dem Reflexionselement 15 hindurchbewegt. Nach Durchgang der Strahlung durch das Linear-Variable Filter 7 ist das Licht monochromatisch. Dieses monochromatische Licht wird dem Reflexionselement 15 über den Lichtwellenleiter 3 zugeführt. Das in dem Reflexionselement 15 reflektierte Licht wird über den Lichtwellenleiter 4 in das

25 Detektorelement 8 geführt.

Als vorteilhaft ist bei dieser Ausgestaltung anzusehen, daß der Lichtwellenleiter 4 direkt und damit ohne Verluste am Detektorelement 8 angesetzt werden kann. Die Ankopplung erfolgt bevorzugt über das sog. Pig-Tailing.

30 Hierdurch läßt sich eine höhere Lichtausbeute erreichen. Folglich läßt sich das Signal/Rausch-Verhältnis der zur Verfügung gestellten Spektren weiter

steigern, wodurch sich die Nachweisgrenze für Substanzen im Meßmedium am Reflexionselement 15 weiter reduziert.

5 Bevorzugt handelt es sich auch bei der in Fig. 7 gezeigten Ausgestaltung bei dem Reflexionselement 15 um ein ATR-Kristall. Als ATR-Kristall wird bevorzugt ein Mikroprisma 48 aus Diamant eingesetzt. In Fig. 10 ist ein Prisma aus Diamant gezeigt, das an der Spitze einer Prozeßsonde 2 befestigt ist. Die Sonde 2 ist im gezeigten Fall so ausgestaltet, daß sie die Hygiene-Anforderungen der Pharma- und Lebensmittelindustrie berücksichtigt.

10 Insbesondere besitzt die Sonde 2 abgerundete Kanten. Das Sondenrohr 46 mit der Sondenspitze 47 ist vorzugsweise aus Titan, Hastelloy oder PEEK gefertigt. Der Diamant bzw. das Mikroprisma 48 ist in Abhängigkeit von der zu vermessenden Substanz in den Sondenkörper eingelötet oder eingeklebt. Die Sonde 2 ist so gefertigt, daß sie in bestehende Wechselarmaturen eingesetzt

15 werden kann, die von der Anmelderin geboten und vertrieben werden.

In der Fig. 8 ist eine schematische Darstellung eines Querschnittswandlers 22 zu sehen, der bevorzugt mit der in Fig. 7 gezeigten Ausgestaltung zum Einsatz kommt. Der Querschnittswandler 22 setzt sich aus drei Teilelementen

20 37, 38, 39 zusammen. Der Querschnittswandler 37 ist in Richtung des Linear-Variablen Filters 7 angeordnet und besteht aus vier in Reihe angeordneten Fasern 40, die das monochromatische Licht in Richtung auf das Mikroprisma 48 führen. Der Querschnittswandler 38, der in Richtung des Detektorelements 8 angeordnet ist, besteht gleichfalls aus vier Fasern 41, die in quadratischer

25 Form positioniert sind. Der Querschnittswandler 39, der unmittelbar vor der kreisförmigen Stirnfläche des bevorzugt kegelförmigen Mikroprismas 48 zu finden ist, hat beispielsweise die in der Fig. 8 gezeigte Ausgestaltung. Die Fasern 40, 41 der Lichtwellenleiter 3, 4 haben übrigens bevorzugt den in der Fig. 8 dargestellten rechteckigen Querschnitt. Selbstverständlich können in

30 Verbindung mit der Erfindung auch Fasern 40, 41 mit rundem Querschnitt eingesetzt werden.

Bevorzugt hat das Reflexionselement 15 übrigens die dargestellte konische Form. Diese hat den Vorteil, daß die Orientierung des quadratischen Querschnittswandlers 39 rotationsinvariant ist. Natürlich ist auch eine quadratische oder mehreckige, z.B. achteckige Basisform des internen  
5 Reflexionselements 48 möglich; allerdings muß dann der quadratische Querschnittswandler 39 nach der Grundfläche des Reflexionselements 48 ausgerichtet werden.

Wie in Fig. 9 zu sehen, sind der Eingangsabschnitt und der Ausgangs-  
10 abschnitt der Prozeßsonde 2 in einem Stecker integriert. Daher ist es möglich, die Sonde 2 auf einfache Weise mit dem Linear-Variablen Filter 7 zu verbinden. Bevorzugt erfolgt die Befestigung des Eingangs- bzw. Ausgangsabschnitts der Wellenleiter 3, 4 an dem LVF-Spektrometer über Ferrulen 43, 44.

**Bezugszeichenliste**

	1	erfindungsgemäße Vorrichtung
	2	Prozeßsonde
5	3	Erster Wellenleiter / Faser(bündel)
	4	Zweiter Wellenleiter / Faser(bündel)
	5	Strahlungsquelle / Lichtquelle
	6	Führungsschiene
	7	Linear-Variables Filter
10	8	Detektorelement
	9	Antrieb
	10	Regel-/Auswerteeinheit
	11	Eingangsabschnitt / Lichtwellenleiter
	12	Ausgangsabschnitt / Lichtwellenleiter
15	13	Erste Einkopplung / Lichtwellenleiter
	14	Zweite Einkopplung / Lichtwellenleiter
	15	Reflexionselement
	16	Facette
	17	Facette
20	18	Strahlengang des Meßlichts
	19	Einfallender Lichtstrahl
	20	Ausfallender Lichtstrahl
	21	Diamant-Beschichtung
	22	Querschnittswandler
25	23	Dichtungsring
	24	Anti-Reflexschicht
	25	Wechselarmatur
	26	Haltevorrichtung
	27	Bohrung (für Paßstifte)
30	28	Strahlengang des Referenzlichts
	29	Kollimieroptik
	30	Verlängerungsdistanz

- 31 Meßspalt
- 32 Faserweiche
- 33 Fokussiereinheit / Ellipsoidspiegel
- 34 Chopper
- 5 35 Choppermotor
- 36 Spindel
- 37 Anordnung der Fasern im Querschnittswandler (LVF-Ende)
- 38 Anordnung der Fasern im Querschnittswandler (Detektor- bzw. Strahlerende)
- 10 39 Anordnung der Fasern im Querschnittswandler (Am Reflexionselement)
- 40 Sendestrahlung
- 41 Empfangsstrahlung
- 42 Konusspitze (abgeschliffen)
- 43 Ferrule
- 15 44 Ferrule
- 45 Flansch für das Spektrometergehäuse
- 46 Rohr / Sondenkörper
- 47 Sondenspitze
- 48 Mikroprisma

### Patentansprüche

1. Vorrichtung zur IR-spektrometrischen Analyse eines festen, flüssigen oder  
5 gasförmigen Mediums mit einer Prozeßsonde (2), die ein Reflexionselement  
(15) aufweist, mit einem Linear-Variablen Filter (6), zumindest einem  
Detektorelement (8) und einer Regel-/Auswerteeinheit (10),  
wobei zumindest eine Strahlungsquelle (5) vorgesehen ist, deren elektro-  
magnetische Strahlung in das Reflexionselement (15) eingekoppelt wird,  
10 wobei zumindest ein Wellenleiter (3) mit einem Eingangsabschnitt (11) und  
einem Ausgangsabschnitt (12) vorgesehen ist,  
wobei die elektromagnetische Strahlung über den Ausgangsabschnitt (12) des  
Wellenleiters (3) in zumindest einen definierten Bereich des Linear-Variablen  
Filters (6) geleitet wird,  
15 wobei das Detektorelement (8) und das Linear-Variable Filter (7) über  
näherungsweise die Länge des Linear-Variablen Filters (7) relativ zueinander  
bewegbar angeordnet sind und  
wobei die Regel-/Auswerteeinheit (10) anhand der von dem Detektorelement  
(8) gelieferten Meßwerte das Spektrum des Mediums bestimmt.
- 20
2. Vorrichtung zur IR-spektrometrischen Analyse eines festen, flüssigen oder  
gasförmigen Mediums mit einer Prozeßsonde (2), die ein Reflexionselement  
(15) aufweist, mit einem Linear-Variablen Filter (6), zumindest einem  
Detektorelement (8) und einer Regel-/Auswerteeinheit (10),  
25 wobei zumindest eine Strahlungsquelle (5) vorgesehen ist, deren elektro-  
magnetische Strahlung in zumindest einen definierten Bereich des Linear-  
Variablen Filters (7) fokussiert wird,  
wobei zumindest ein Wellenleiter (4) vorgesehen ist, über den die elektro-  
magnetische Strahlung nach Durchgang durch das Linear-Variable Filter (6)  
30 in das Reflexionselement (15) eingekoppelt wird,  
wobei die von der Strahlungsquelle (5) kommende, fokussierte elektro-  
magnetische Strahlung und das Linear-Variable Filter (7) über näherungs-

weise die Länge des Linear-Variablen Filters (7) relativ zueinander bewegbar angeordnet sind,

wobei das Detektorelement (8) die elektromagnetische Strahlung nach Durchgang durch das Reflexionselement (15) empfängt und

5 wobei die Regel-/Auswerteeinheit (10) anhand der von dem Detektorelement (8) gelieferten Meßwerte das Spektrum des Mediums bestimmt.

3. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2,

10 wobei die Regel-/Auswerteeinheit (10) die Relativbewegung zwischen dem Detektorelement (8) und dem Linear-Variablen Filter (7) bzw. zwischen der Strahlungsquelle (5) und dem Linear-Variablen Filter (7) schrittweise oder kontinuierlich steuert.

4. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2,

15 wobei das Detektorelement (8) fest montiert ist und  
wobei die Regel-/Auswerteeinheit (10) das Linear-Variable Filter (7) schrittweise an dem Detektorelement (8) vorbeibewegt,  
bzw. wobei die Strahlungsquelle (5) fest montiert ist und  
wobei die Regel-/Auswerteeinheit (10) das Linear-Variable Filter (7) schrittweise oder kontinuierlich an dem Detektorelement (8) vorbeibewegt

20

5. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2,

wobei das Linear-Variable Filter (7) fest montiert ist und  
wobei die Regel-/Auswerteeinheit (10) schrittweise das Detektorelement (8)  
25 an dem Linear-Variablen Filter (7) vorbeibewegt,  
bzw. wobei das Linear-Variable Filter (7) fest montiert ist und wobei die Regel-/Auswerteeinheit (10) das Linear-Variable Filter (7) schrittweise oder kontinuierlich an der Strahlungsquelle (5) vorbeibewegt.

30 6. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2,



wobei eine Haltevorrichtung (26) vorgesehen ist, in der das Detektorelement (8) und der Lichtausgangsabschnitt (12) bzw. die Strahlungsquelle (5) und der Lichteingangsabschnitt oder das Linear-Variable Filter (7) montiert sind/ist.

5      7. Vorrichtung nach Anspruch 6,  
wobei die Haltevorrichtung (26) bzw. das Detektorelement (8) bzw. die Strahlungsquelle (5) oder das Linear-Variable Filter (7) auf einer Führungsschiene (6) angeordnet ist.

10     8. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 7,  
wobei es sich bei dem Ausgangsabschnitt (12) und/oder dem Eingangsabschnitt um einen Querschnittswandler (22) handelt.

15     9. Vorrichtung nach Anspruch 3, 4, 5 oder 6,  
wobei ein Antrieb (9) vorgesehen ist, über den das Linear-Variable Filter (7) oder das Detektorelement (8) bzw. die Strahlungsquelle (5) bzw. die Haltevorrichtung (26) für das Detektorelement (8) bzw. die Strahlungsquelle (5) schrittweise oder kontinuierlich bewegt wird.

20     10. Vorrichtung nach Anspruch 1,  
wobei der erste Lichtwellenleiter (3) eine Faserweiche (32) ist, über die die Meßstrahlung und eine Referenzstrahlung zum Reflexionselement (15) geführt werden und wobei der Meßstrahl und der Referenzstrahl zum Linear-Variablen Filter (7) geleitet werden.

25     11. Vorrichtung nach Anspruch 1,  
wobei es sich bei dem Detektorelement (8) um einen pyroelektrischen Detektor, bevorzugt um einen Thermopile- oder einen MCT- Detektor, oder um eine Detektorzeile handelt.

30     12. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2,

wobei das Reflexionselement (15) aus einem hochreinen Halbleitermaterial gefertigt ist.

13. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2,

5 wobei das Reflexionselement (15) aus einem hochreinen Halbleitermaterial oder anderem IR-transmitiven Material gefertigt ist, auf dem eine dünne Diamantschicht (21) aufgebracht ist.

15. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2,

10 wobei es sich bei dem Reflexionselement (15) um ein Mikroprisma (48) handelt, das bevorzugt aus Diamant gefertigt ist.

16. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, wobei das Reflexionselement (15) derart dimensioniert und ausgestaltet ist, daß der Strahlengang (18) des Meßlichts bzw. Referenzlichts eine Vielzahl Reflexionen in dem Reflexionselement (15) erfährt, wobei die Anzahl der Reflexionen über die Länge des Reflexionselementes (15) festlegbar ist.

17. Vorrichtung nach Anspruch 15 oder 16,

20 wobei das Reflexionselement (15) eine runde, quadratische oder polygonale Querschnittsfläche aufweist.

18. Vorrichtung nach Anspruch 17,

25 wobei der erste Wellenleiter (3) aus mehreren Fasern (40; 41) besteht und auf der Seite des Linear-Variablen Filters (7) einen bevorzugt linearen Faserquerschnittswandler (37) und auf der Seite des Reflexionselements (15) einen bevorzugt L-förmigen Querschnittswandler (39) aufweist, wobei der zweite Wellenleiter (4) aus mehreren Fasern (41; 40) besteht und auf der Seite des Reflexionselements (15) einen bevorzugt L-förmigen Faserquerschnittswandler (39) und auf der Seite des Detektors (8) einen bevorzugt quadratischen Faserquerschnittswandler (38) aufweist.

30

19. Vorrichtung nach Anspruch 18,  
wobei die beiden Faserquerschnittswandler (39) auf der Seite des  
Reflexionselements (15) bzw. des Mikroprisms (48) in zumindest eine  
Halterung (43, 44) bzw. in zumindest einen Stecker integriert sind und in  
5 unmittelbarer Nähe der Querschnittsfläche des Reflexionselements (15; 48)  
angeordnet sind bzw. auf der Querschnittsfläche des Reflexionselements (15;  
48) aufsitzen.
20. Vorrichtung nach Anspruch 1 oder 2,  
10 wobei es sich bei der Prozeßsonde (2) um eine ATR-Sonde, eine  
Reflexionssonde oder eine Transmissionssonde handelt.

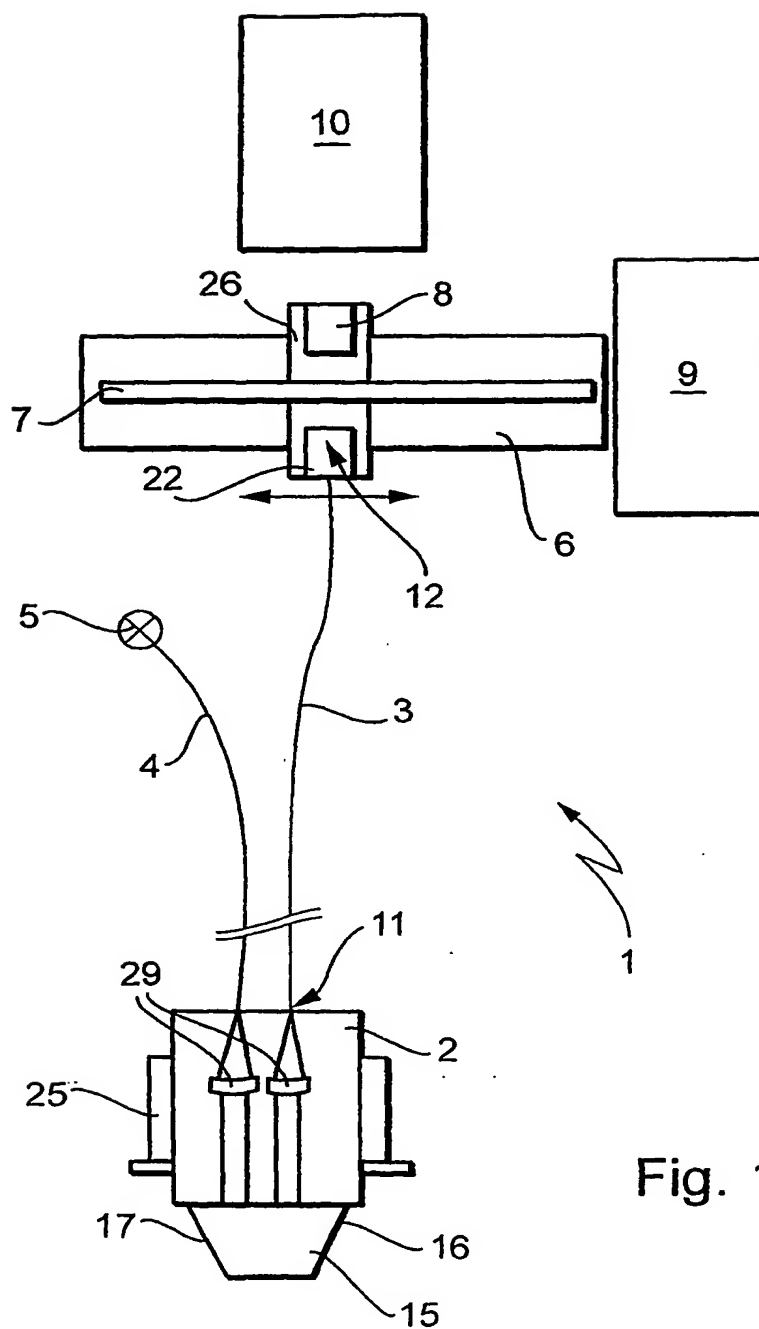


Fig. 1

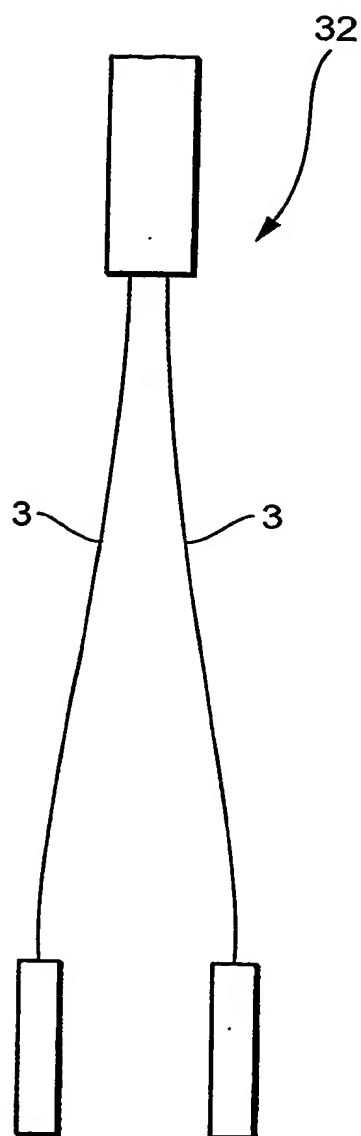


Fig. 2a

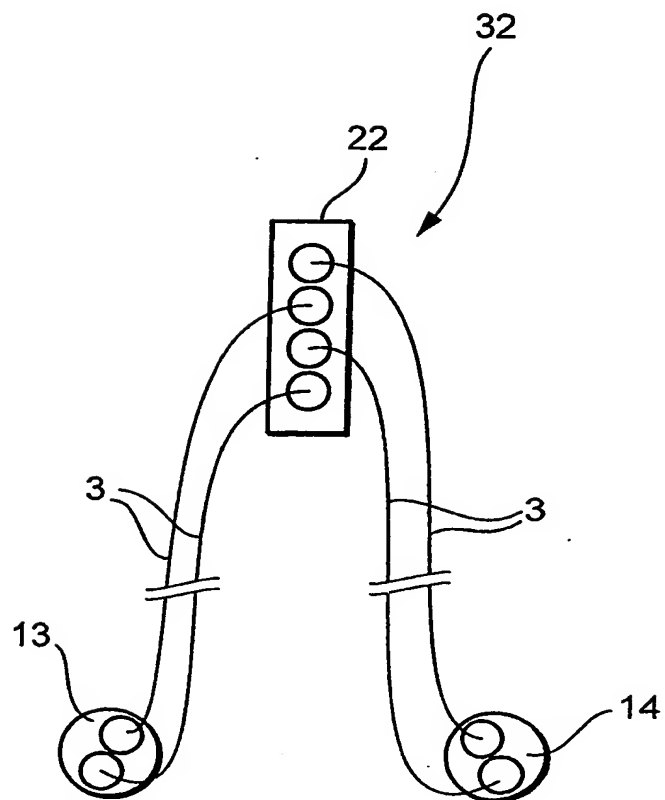


Fig. 2b

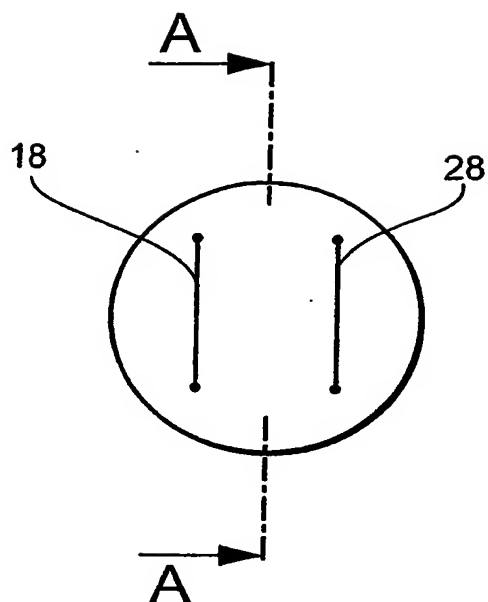


Fig. 3a

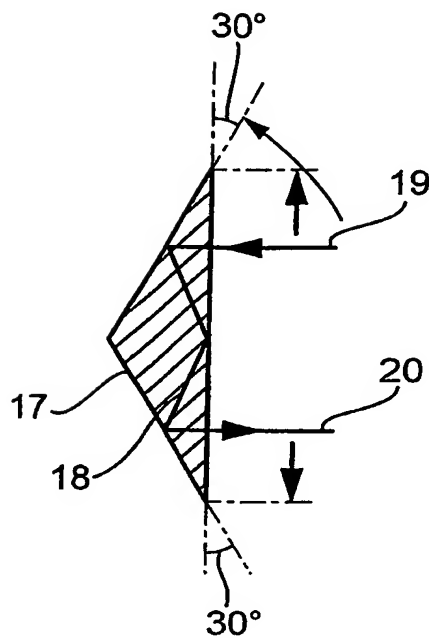


Fig. 3b

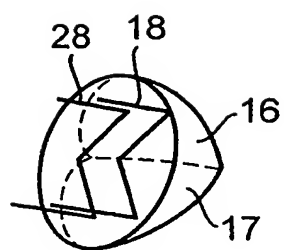


Fig. 3c

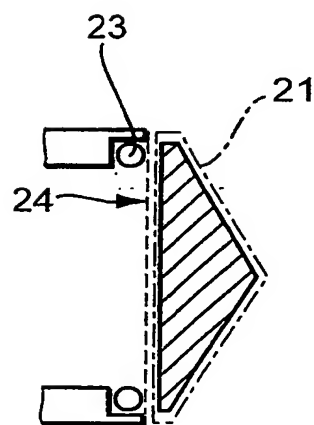


Fig. 3d

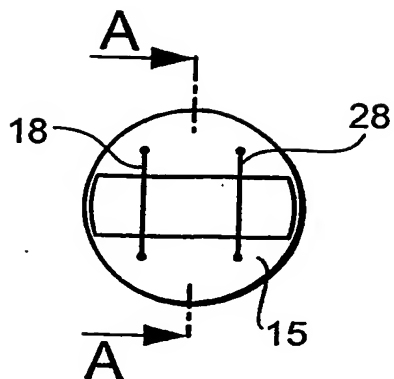


Fig. 4a

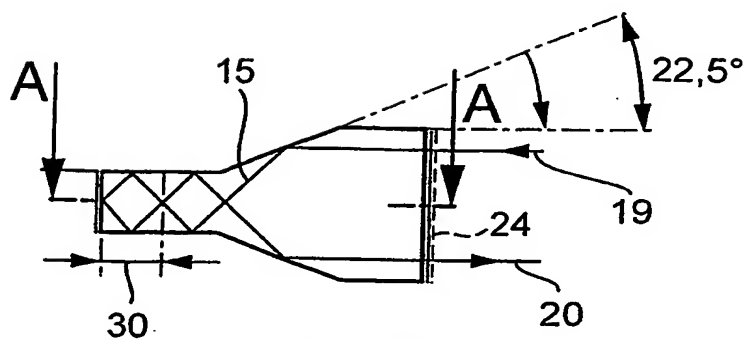


Fig. 4b

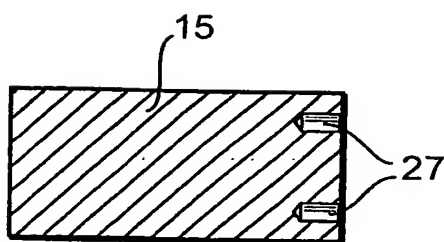


Fig. 4c

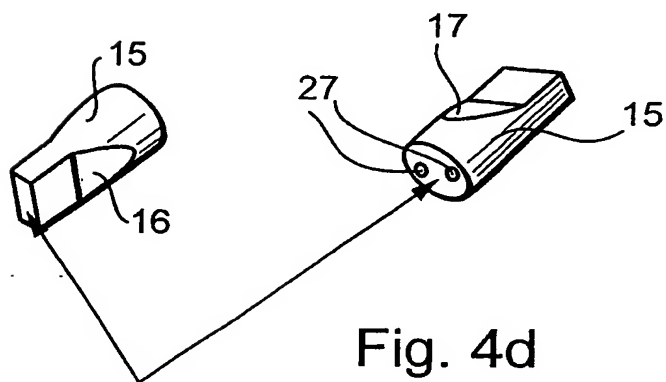


Fig. 4d

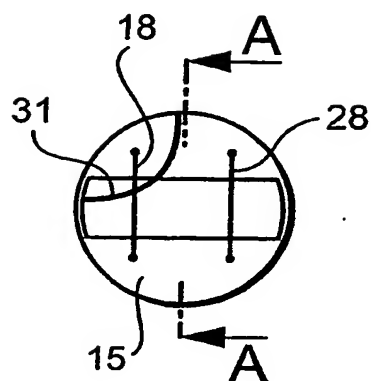


Fig. 5a

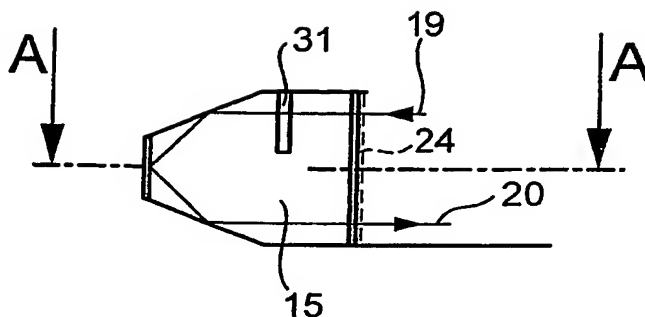


Fig. 5b

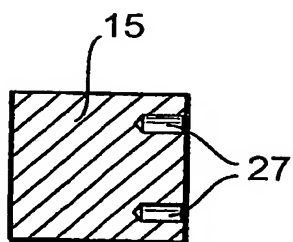


Fig. 5c

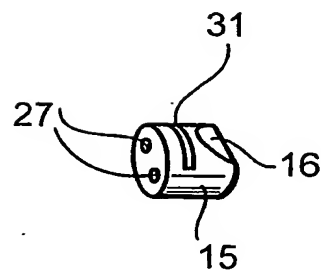
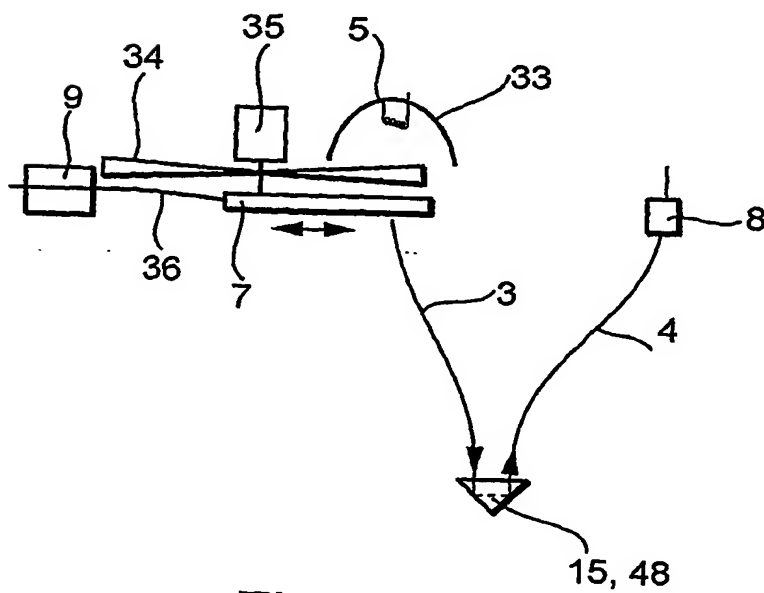
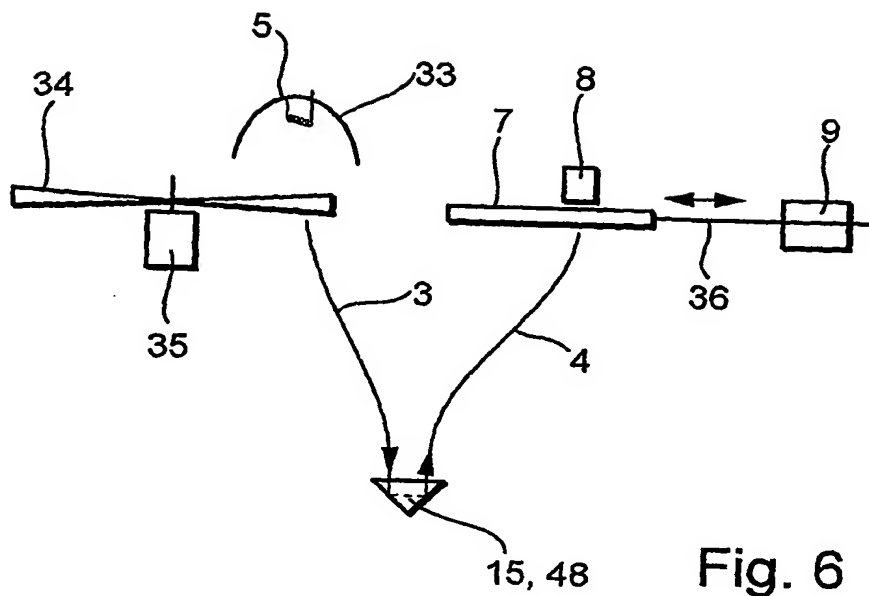


Fig. 5d



6/8



7/8

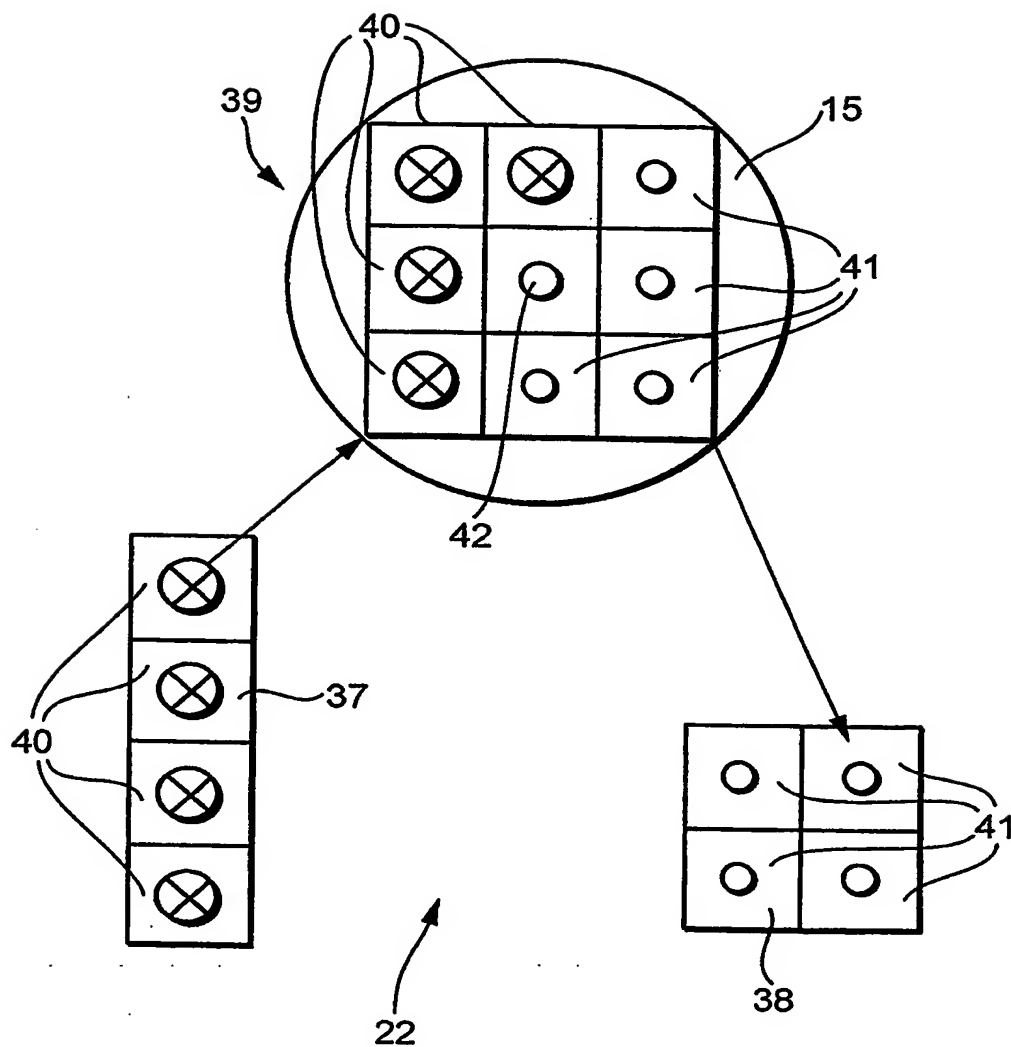


Fig. 8

8/8

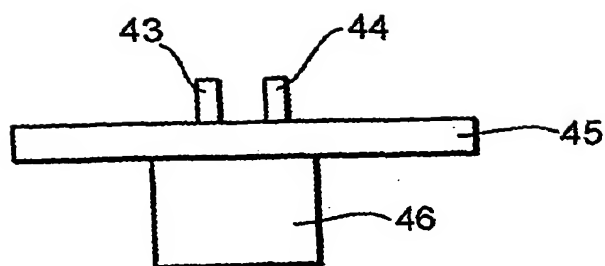


Fig. 9

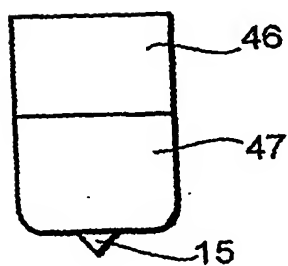


Fig. 10

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 03/07838

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER  
IPC 7 G01N21/85 G01N21/55

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

PAJ, WPI Data, EPO-Internal

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	US 3 669 545 A (GILBY ANTHONY C) 13 June 1972 (1972-06-13)  the whole document	1-7, 9, 11-13, 15-17, 20
Y	WO 99 40419 A (DSQUARED DEV INC) 12 August 1999 (1999-08-12)  * Seiten 6-12 *	1-7, 9, 12, 13, 15-17, 20
P, Y	US 2002/190213 A1 (BYNUM KEVIN C ET AL) 19 December 2002 (2002-12-19)  * Paragraph '0040! und '0079! *  -/--	1-7, 9, 12, 13, 15-17, 20

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

## \* Special categories of cited documents:

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- \*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

14 November 2003

Date of mailing of the international search report

19/12/2003

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Hoogen, R

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 03/07838

## C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y A	US 5 754 722 A (MELLING PETER J) 19 May 1998 (1998-05-19) * Spalte 3, Zeile 38 - Spalte 4, Zeile 44 *	13,20 8,10,18, 19
Y	WO 00 62028 A (ETIENNE STEVEN ;WEAVER IAN (GB); CENTRAL RESEARCH LAB LTD (GB)) 19 October 2000 (2000-10-19) abstract	11
Y	DE 100 34 220 A (KUEPPER ANNE) 31 January 2002 (2002-01-31) cited in the application abstract	15
Y	US 3 733 130 A (YOUNG J) 15 May 1973 (1973-05-15) * Spalte 2, Zeile 49 - Spalte 3, Zeile 26; Abbildungen 1 und 2 *	20

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 03/07838

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 3669545	A	13-06-1972	GB 1348462 A JP 49012876 A	20-03-1974 04-02-1974
WO 9940419	A	12-08-1999	US 6100526 A AU 742843 B2 AU 6659098 A BR 9815664 A CA 2319524 A1 CN 1284164 T EP 1053463 A1 JP 2003526079 T RU 2195644 C2 WO 9940419 A1	08-08-2000 17-01-2002 23-08-1999 17-10-2000 12-08-1999 14-02-2001 22-11-2000 02-09-2003 27-12-2002 12-08-1999
US 2002190213	A1	19-12-2002	WO 02077616 A1	03-10-2002
US 5754722	A	19-05-1998	NONE	
WO 0062028	A	19-10-2000	AU 3830500 A CA 2368989 A1 CN 1372635 T EP 1218709 A2 WO 0062028 A2 JP 2002544473 T	14-11-2000 19-10-2000 02-10-2002 03-07-2002 19-10-2000 24-12-2002
DE 10034220	A	31-01-2002	DE 10034220 A1	31-01-2002
US 3733130	A	15-05-1973	NONE	

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/07838

## A. KLASSIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 G01N21/85 G01N21/55

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

## B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierte Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 G01N

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

PAJ, WPI Data, EPO-Internal

## C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y	US 3 669 545 A (GILBY ANTHONY C) 13. Juni 1972 (1972-06-13)  das ganze Dokument	1-7,9, 11-13, 15-17,20
Y	WO 99 40419 A (DSQUARED DEV INC) 12. August 1999 (1999-08-12)  * Seiten 6-12 *	1-7,9, 12,13, 15-17,20
P,Y	US 2002/190213 A1 (BYNUM KEVIN C ET AL) 19. Dezember 2002 (2002-12-19)  * Paragraph '0040! und '0079! *	1-7,9, 12,13, 15-17,20

-/--

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen☒ Siehe Anhang Patentfamilie

\* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen :

\*A\* Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

\*E\* älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

\*L\* Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgeführt)

\*O\* Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

\*P\* Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

\*T\* Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

\*X\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

\*Y\* Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

\*Z\* Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

14. November 2003

Abschließdatum des internationalen Recherchenberichts

19/12/2003

Name und Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde

Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2  
NL - 2280 HV Rijswijk  
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
Fax (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Beauftragter

Hoogen, R

## INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 03/07838

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN		
Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
Y A	US 5 754 722 A (MELLING PETER J) 19. Mai 1998 (1998-05-19) * Spalte 3, Zeile 38 - Spalte 4, Zeile 44 *	13,20 8,10,18, 19
Y	WO 00 62028 A (ETIENNE STEVEN ;WEAVER IAN (GB); CENTRAL RESEARCH LAB LTD (GB)) 19. Oktober 2000 (2000-10-19) Zusammenfassung	11
Y	DE 100 34 220 A (KUEPPER ANNE) 31. Januar 2002 (2002-01-31) in der Anmeldung erwähnt Zusammenfassung	15
Y	US 3 733 130 A (YOUNG J) 15. Mai 1973 (1973-05-15) * Spalte 2, Zeile 49 - Spalte 3, Zeile 26; Abbildungen 1 und 2 *	20